

beeinflusst. Gemische von α - und β -Naphthol geben rotgelbe bis rötliche Färbungen.

Dieser Nachweis ist sehr empfindlich; er gelingt noch bei den einzelnen Naphtholen in Verdünnungen von 1 : 500 000, bei Gemischen der beiden Naphthole in einer Verdünnung von 1 : 2000.

Über die Konstitutionsbestimmung von Enolen mittels der Harrieschen Ozonspaltung ungesättigter Verbindungen haben Johannes Scheiber und Paul Herold¹⁾ ihre Versuche²⁾ fortgesetzt und auf eine Reihe von Di- und Triacylmethanen, sowie auf die Isomerieverhältnisse bei den Formylphenylessigestern und Diazetylbernsteinsäureestern ausgedehnt. Durch die Ergebnisse wird die prinzipielle Brauchbarkeit der Ozonspaltungsmethode zwecks Konstitutionsbestimmung bei Enolen, selbst auch in schwierigeren Fällen, erwiesen.

Im einzelnen lässt sich die ausführliche Arbeit im Auszug nicht wiedergeben, und wir müssen uns mit dem Hinweis auf das Original begnügen.

2. Quantitative Bestimmung organischer Körper.

a. Elementaranalyse.

Zur Jodbestimmung, besonders in organischen Substanzen, liefert R. Grützner³⁾ einen Beitrag.

Die von ihm angegebene Methode ist eigentlich zur Bestimmung von kleinsten Jodmengen in Blut und Organen⁴⁾ ausgearbeitet worden, lässt sich aber auch mit Vorteil zur Analyse sonstwie organisch gebundenen Jods verwenden.

Zur Veraschung dient Baryumsuperoxyd, das die mit Alkali gut durchsetzte Substanz bei geeigneten Vorsichtsmaßregeln ruhig und, so weit überhaupt möglich, vollständig zu verbrennen gestattet und den grossen Vorteil bietet, sich leicht wieder entfernen zu lassen, so dass trotz Verwendung von viel Material eine relativ salzarme, daher leicht und un-mittelbar weiter zu behandelnde Lösung erhalten wird. In besonderen Fällen ist auch die Verwendung von Natriumsuperoxyd oder von einer niedrigschmelzenden Salpeter- und Alkalimischung von Vorteil. Diese verbrennen die organische Substanz vollständig und ohne Jodverlust.

¹⁾ Annalen d. Chemie **405**, 295.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift **53**, 517 (1914).

³⁾ Chemiker-Zeitung **38**, 769.

⁴⁾ Zeitschr. f. physiol. Chem. **85**, 429.

Bei der Veraschung ist besonders auf möglichst gründliche Durchmischung der Substanz mit Alkali zu achten¹⁾, sowie zu langes und zu hohes Erhitzen zu vermeiden.

Die Natriumsuperoxyd- oder Soda-Salpeterschmelze wird gelöst. Bei den Baryumsuperoxydschmelzen wird die längere Zeit eingeweichte, einige Male ausgekochte Schmelze in ein Becherglas gebracht und mit Kohlensäure und Natriumsulfat behandelt. Das Filtrat ist dann barytfrei und verhältnismäßig salzarm.

Zur Oxydation der entstandenen Jodide zu Jodaten wird die alkalische Lösung einige Minuten mit Kaliumpermanganat nach Zusatz einer Spur Talkum gekocht, vorsichtig mit Schwefelsäure angesäuert und weiter kurz zum Sieden gebracht, wobei stets ein Überschuss an Kaliumpermanganat vorhanden sein muss. Nach der Abkühlung wird mit fester Soda wieder alkalisch gemacht, einige Tropfen Alkohol und etwas Talkum zugesetzt und einige Minuten gekocht. Die Lösung wird heiss filtriert und heiss mit alkoholhaltigem Wasser nachgewaschen. Das Filtrat wird nach Zusatz von etwas Talkum durch 5 Minuten langes Kochen vom Alkohol befreit und die Lösung mit Phosphorschwefelsäuregemisch lackmussauer, höchstens eben kongosauer gemacht und nach Zusatz von etwas festem Ammoniumsulfat etwa 3 Minuten gekocht.

Die Phosphorschwefelsäure besteht aus einer Mischung von 3 Raumteilen Phosphorsäure (1 : 4) und 2 Raumteilen Schwefelsäure (1 : 4), welche in der Hitze mit $\frac{n}{10}$ -Permanganatlösung bis zum längeren Bestehenbleiben der Rosafärbung versetzt und mit einem Tropfen $\frac{n}{10}$ -Oxal säurelösung entfärbt wird.

Die abgekühlte Lösung wird mit Schwefelsäure kongosauer gemacht und mit Jodalkali versetzt und das frei gewordene Jod sogleich in der üblichen Weise mit Stärke und Thiosulfat titriert. Sechs Atome durch die Titration gemessenes Jod entsprechen einem Atom ursprünglich vorhandenen Jods, was eine sechsmal grössere Empfindlichkeit bedeutet.

Über die Bestimmung des Selen in organischen Verbindungen berichtet Hugo Bauer²⁾. Auf der Suche nach einer brauchbaren, zuverlässige Resultate liefernden Methode hat Bauer die Verfahren

¹⁾ Trockene Durchmischung genügt nicht, Durchfeuchten sichert nicht unbedingt; am zweckmäßigsten ist ein Zusammenschmelzen mit Natriumhydroxyd.

²⁾ Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin 48, 507.